

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-89
	Odczynniki Chlorek miedziowy uwodniony	6191-118
		Zamiast BN-73/6191-118
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest chlorek miedziowy uwodniony stosowany jako odczynnik chemiczny. Chlorek miedziowy ma:

- a) wzór chemiczny - $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
- b) masę molową - 170,48 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki chlorku miedziowego uwodnionego, oznaczone:

- cz.d.a. - czysty do analizy,
- cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia chlorku miedziowego uwodnionego czystego do analizy:

CHLOREK MIEDZIOWY cz.d.a. BN-89/6191-118

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorek miedziowy uwodniony powinien być substancją krystaliczną, higroskopijną, barwy niebiesko-zielonej, łatwo rozpuszczalną w wodzie i alkoholu etylowym.

3.2. Wymagania chemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość chlorku miedziowego ($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)% (m/m), nie mniej niż	99,0	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w H_2O , % (m/m), nie więcej niż	0,01	0,02
c) Odczyn pH 5%(m/m) roztworu, w granicach	3,0+3,8	nie normalizuje się
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,010
e) Arsenu (As), % (m/m), nie więcej niż	0,0002	0,0005
f) Azotu ogólnego (N), % (m/m), nie więcej niż	0,004	nie normalizuje się
g) Żelaza (Fe^{3+}), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,005
h) Ołowiu (Pb^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,005	nie normalizuje się
i) Niklu (Ni^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
j) Sodu, potasu, wapnia i magnezu ($\text{Na}+\text{K}+\text{Ca}+\text{Mg}$), % (m/m), nie więcej niż	0,03	0,10

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 grudnia 1989 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 września 1990 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1990, poz. 11)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Chlorek miedziowy uwodniony należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001 oraz zgodnie z obowiązującymi przepisami w transporcie kolejowym i drogowym¹⁾.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoje ze szkła brunatnego typu POCh wg BN-84/6833-23, zamykane zakrętkami z tworzywa sztucznego, wyłożonymi podkładkami polietylenowymi lub innymi chemicznie odpornymi wg BN-71/6419-03. Nakrętki dodatkowo powinny być zabezpieczone taśmą samoprzylepną wg BN-73/6419-04 lub pierścieniami termokurczliwymi.

Masa netto: 100, 250, 500, 1000 g.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania jednostkowego po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą, jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.3, umieszczając dodatkowo:

- a) klasę niebezpieczeństwa 6.1 wg RID/ADR,
- b) napis "Ostrożnie - środek szkodliwy" pod nazwą odczynnika w języku angielskim (chlorek miedziowy uwodniony zaliczony jest do Wykazu Rozporządzenia Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej¹⁾),
- c) znak niebezpieczeństwa wg PN-76/O-79251 p. 2.3.9.

4.2.3. Opakowania transportowe

4.2.3.1. Opakowania transportowe dla słoje stanowią skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06.

Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym np. folią pęcherzykową "pneumopak" lub innym podobnym i ustawiać w skrzynkach w jednej warstwie.

4.2.3.2. Opakowania transportowe kombinowane stanowią worki z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06 umieszczone w beczkach drewnianych wg PN-76/O-79351 lub w bębnach zwijanych z tektury wzmocnionych obręczami metalowymi, z dnami i wiekami z tworzywa drzewnego, pojemności 35 i 50 l, wysokości 325 ±10 mm lub 450 ±10 mm i średnicy 397 ±5 mm.

Masa netto: 35 i 50 kg.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania transportowego, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem, jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań, ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021 i jest zgodne z obowiązującymi przepisami w zakresie materiałów niebezpiecznych.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.4., umieszczając dodatkowo:

- a) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3, 2.4.10,
- b) nalepkę ostrzegawczą - wzór nr 6.1 A wg RID/ADR "Materiały szkodliwe dla zdrowia".

4.2.5. Formowanie jednostek ładunkowych - wg PN-87/C-80001 p. 4.2.1.

4.3. Przechowywanie. Chlorek miedziowy uwodniony należy przechowywać w krytych, suchych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach magazynowych (temperatura nie wyższa niż 30°C, wilgotność nie wyższa niż 50%).

Dopuszczalna liczba warstw składowania wynosi: dla skrzynek i beczek drewnianych 4, dla bębnów z tektury 1.

Okres gwarancji wynosi 2 lata od daty produkcji.

4.4. Transport. Chlorek miedziowy uwodniony jest materiałem niebezpiecznym, klasa niebezpieczeństwa 6.1, liczba marginesowa 601, punkt 68c wg RID i klasa niebezpieczeństwa 6.1, liczba marginesowa 2601, punkt 68c wg ADR. Chlorek powinien być przewożony zgodnie z odpowiednimi przepisami transportowymi¹⁾.

Opakowany wg 4.2, można przewozić transportem kolejowym lub samochodowym.

Dopuszczalna liczba warstw ładowania wynosi: dla skrzynek drewnianych - 4, dla beczek drewnianych - 3, dla bębnów z tektury - 1.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1.),
- b) oznaczanie zawartości chlorku miedziowego (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- d) oznaczanie odczynu pH 5%(m/m) roztworu (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- f) oznaczanie zawartości arsenu (3.2e),
- g) oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2f),
- h) oznaczanie zawartości żelaza (3.2g), ołowiu (3.2h) i niklu (3.2i),
- i) oznaczanie sodu, potasu, wapnia i magnezu (3.2j),

5.2. Wielkość partii. Partię produktu opakowanego stanowi najwyżej 500 kg chlorku miedziowego.

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika w gatunku cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047, natomiast próbki odczynnika w gatunku cz. zgodnie z PN-67/C-04500.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Z przedstawionej do badań partii należy wylosować na ślepo opakowania w liczbie podanej w tabl. 2. Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać co najmniej 2 próbki pierwotne. Najmniejsza wielkość próbki pierwotnej powinna wynosić 100 g, natomiast średniej próbki laboratoryjnej 500 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii, sztuk	Liczba próbek jednostkowych sztuk
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
ponad 160	10

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości, a do oznaczeń metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej wodę redestylowaną.

5.4.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Należy ocenić wizualnie postać i barwę próbki chlorku miedziowego uwodnionego zgodnie z PN-81/C-01055 p. 2.1.1 i 2.1.2, a rozpuszczalność określić zgodnie z PN-81/C-01055 p. 2.2.

5.4.3. Oznaczanie zawartości chlorku miedziowego uwodnionego ($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

5.4.3.1. Zasada metody. Zawartość chlorku miedziowego uwodnionego oznacza się metodą jodometrycznego miareczkowania za pomocą mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego wobec skrobi jako wskaźnika.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy.
- Kwas siarkowy roztwór 16% (m/m).
- Skrobia, roztwór 1% (m/m), przygotowany wg PN-89/C-06500 p. 2.2.134.
- Tiosiarczan sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/02 p. 2.11.2.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 0,5 g próbki chlorku miedziowego uwodnionego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 100 ml wody w kolbie stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 250 ml. Następnie dodać 5 ml roztworu kwasu siarkowego i około 3 g jodku potasu, wymieszać.

Kolbę zamknąć korkiem i odstawić w ciemne miejsce na 5 min. Po upływie tego czasu miareczkować wydzielony jod roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 2 ml roztworu skrobi. Miareczkować do odbarwienia się roztworu. Równoległe z oznaczeniem należy wykonać próbę ślepią. W tym celu do kolby stożkowej pojemności 250 ml odmierzyć 100 ml wody,

dodać 3 g jodku potasowego i 5 ml roztworu kwasu siarkowego, miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego w taki sam sposób, jak roztwór próbki chlorku miedziowego.

5.4.3.4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość chlorku miedziowego uwodnionego (X_1) obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0,01705 \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

- V_2 - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania, ml,
- V_1 - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania ślepej próby, ml,
- m_1 - masa odważki próbki chlorku miedziowego uwodnionego, g,
- 0,01705 - ilość chlorku miedziowego uwodnionego odpowiadającego 1 ml roztworu tiosiarczanu sodowego o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g/ml.

5.4.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,3%.

5.4.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory. Kwas solny, roztwór 25% (m/m).

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 30 g próbki chlorku miedziowego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 600 ml wody zakwaszonej 1 ml roztworu kwasu solnego i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczenia. Próbka chlorku miedziowego uwodnionego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa substancji nierozpuszczalnych w wodzie nie przekracza:

- dla odczynnika cz.d.a. - 3 mg,
- dla odczynnika cz. - 6 mg.

5.4.5. Oznaczanie odczynu pH 5% (m/m) roztworu należy wykonać zgodnie z PN-89/C-04963 p. 2.2.

5.4.6. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.4.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1 oraz:

Roztwór wzorcowy chlorku miedziowego nie zawierający siarczanów, 5 g chlorku miedziowego uwodnionego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w zlewce pojemności 250 ml, rozpuścić w 70 ml wody, ogrzać do wrzenia, dodać 15 ml roztworu chlorku barowego, dopełnić do objętości 100 ml, wymieszać i pozostawić na 8 ÷ 12 h. Po upływie tego czasu zdekantować przezroczysty roztwór nad osadu. Do przygotowania roztworu porównawczego pobrać 20,0 ml tego roztworu.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki chlorku miedziowego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 15 ml wody. Wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.2.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczenia. Próbka chlorku miedziowego uwodnionego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 10 min zmętnienie w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. - 0,10 mg SO_4^{2-}

i 20,0 ml roztworu wzorcowego chlorku miedziowego nie zawierającego siarczanów.

5.4.7. Oznaczanie zawartości arsenu

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-81/C-04511 p. 2.4.3. oraz:

Dwuetylodwutiokarboaminian srebrowy (AgDDTK), roztwór 0,5% (m/m).

Rozpuścić 1 g AgDDTK odważonego z dokładnością do 0,01 g w 150 ml chloroformu, dodać 2 g etanoloaminy, dopełnić do objętości 200 ml i wymieszać. Przechowywać w butelce z ciemnego szkła. Roztwór jest trwały przez około 2 tygodnie.

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g próbki chlorku miedziowego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 15 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-81/C-04511 p. 2.4.6, używając zamiast roztworu dwuetylodwutiokarboaminianu srebrowego wg PN-81/C-04511 p. 2.4.3d) roztwór dwuetylodwutiokarboaminianu srebrowego wg 5.4.7.1.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczenia. Próbka chlorku miedziowego uwodnionego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli intensywność zabarwienia powstałego w roztworze badanym jest mniejsza lub równa intensywności zabarwienia w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,004 mg As,

dla odczynnika cz. - 0,10 mg As.

5.4.8. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego. Odważyć 1 g próbki chlorku miedziowego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 100 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-81/C-04527 p. 2.4.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczenia. Próbka chlorku miedziowego uwodnionego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe po 10 min w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zabarwieniu w roztworze porównawczym zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,04 mg N.

5.4.9. Oznaczanie zawartości żelaza, ołowiu i niklu

5.4.9.1. Zasada metody. Żelazo, ołów i nikiel oznaczają się techniką płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej metodą krzywej wzorcowej.

5.4.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy podstawowy niklu (Ni^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego niklu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Ni^{2+} .

b) Roztwór wzorcowy podstawowy ołowiu (Pb^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego ołowiu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Pb^{2+} .

c) Roztwór wzorcowy podstawowy żelaza (Fe^{3+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego żelaza zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Fe^{2+} .

d) Roztwór wzorcowy roboczy - mieszanina jonów Ni^{2+} , Pb^{2+} , Fe^{3+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć mikropipetą po 1,0 ml roztworów wzorcowych wg poz. a), c) i 5,0 ml roztworu wzorcowego wg poz. b), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g jonów Ni^{2+} i Fe^{3+} oraz $5 \cdot 10^{-5}$ g jonów Pb^{2+} .

Dopuszcza się stosowanie podstawowych roztworów wzorcowych niklu, ołowiu i żelaza przygotowanych wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.44b), p. 2.2.1.46b), p. 2.2.1.75.

5.4.9.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampy: niklowa, ołowiowa i żelazowa z katodami wnękowymi.

5.4.9.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym i optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Absorbancję niklu należy mierzyć przy długości fali 232,0 nm, ołowiu - 217 lub 283,3 nm, żelaza - 248,3 nm. Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.4.9.5. Przygotowanie skali wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0; 2,5; 5,0; 10,0 i 20,0 ml wzorcowego roztworu roboczego (5.4.9.2d), dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenie niklu i żelaza w poszczególnych kolbach wynosi: 0; $2,5 \cdot 10^{-7}$; $5 \cdot 10^{-7}$; $1 \cdot 10^{-6}$; $2 \cdot 10^{-6}$ g/ml, natomiast ołowiu: 0; $1,25 \cdot 10^{-6}$; $2,5 \cdot 10^{-6}$; $5 \cdot 10^{-6}$; $1 \cdot 10^{-5}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję niklu, ołowiu i żelaza w przygotowanej skali wzorców, w warunkach podanych w 5.4.9.4, a z uzyskanych wyników sporządzić krzywe wzorcowe odkładając na osi odciętych stężenia w g/ml, a na osi rzędnych odpowiadające im wielkości absorbancji.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 5.

5.4.9.6. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 5 g próbki chlorku miedziowego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w niewielkiej ilości wody, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Zmierzyć absorbancję niklu, ołowiu i żelaza w warunkach podanych w 5.4.9.4. Z krzywych wzorcowych odczytać stężenia niklu, ołowiu i żelaza w roztworze.

5.4.9.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość żelaza (X_2), ołowiu (X_3) i niklu (X_4) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_{2,3,4} = \frac{a_{1,2,3} \cdot V_3 \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

w którym:

- $a_{1,2,3}$ - stężenie odpowiednio żelaza, ołowiu i niklu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,
- V_3 - objętość roztworu próbki chlorku miedziowego, ml,
- m_2 - masa odważki próbki chlorku miedziowego, g.

5.4.9.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

5.4.10. Oznaczanie sumy zawartości sodu, potasu, wapnia i magnezu

5.4.10.1. Zasada metody. Sód, potas, wapń i magnez oznacza się techniką płomieniową za pomocą absorpcyjnej spektrometrii atomowej metodą krzywej wzorcowej.

5.4.10.2. Odczynniki i roztwory

- a) Chlorek lantanowy, roztwór 0,4% (m/m).
- b) Kwas solny spektralnie cz., ρ HCl = 1,19 g/ml.
- c) Roztwór wzorcowy podstawowy magnezu do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego magnezu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Mg^{2+} .
- d) Roztwór wzorcowy podstawowy potasu (K^+) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego potasu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g K^+ .
- e) Roztwór wzorcowy podstawowy sodu (Na^+) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego sodu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Na^+ .
- f) Roztwór wzorcowy podstawowy wapnia (Ca^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego wapnia zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Ca^{2+} .
- g) Roztwór wzorcowy roboczy - mieszanina jonów Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , Ca^{2+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 1,0 ml podstawowych roztworów wzorcowych (5.4.10.2c), e) i po 10,0 ml podstawowych roztworów wzorcowych (5.4.10.2d), f), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g jonów Mg^{2+} i Na^+ i po $1 \cdot 10^{-4}$ g jonów K^+ i Ca^{2+} .

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 5.

Dopuszcza się stosowanie podstawowych roztworów wzorcowych magnezu, potasu, sodu i wapnia przygotowanych wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.39a), p. 2.2.1.49, p. 2.2.1.60, p. 2.2.1.70.

5.4.10.3. Aparatura i przyrządy

- a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- b) Lampy: sodowa, potasowa, wapniowa i magnezowa z katodami wnekowymi.

5.4.10.4. Warunki fotometrowania - wg 5.4.9.4. Absorbancję sodu należy mierzyć przy długości fali 589,0 nm, potasu - 766,5 nm, wapnia - 422,7 nm, magnezu - 285,2 nm.

5.4.10.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć około 1 g próbki chlorku miedziowego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w wodzie z dodatkiem 1 ml kwasu solnego i 10 ml roztworu chlorku lantanowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór A).

5.4.10.6. Przygotowanie skali wzorców i sporządzenie krzywych wzorcowych. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 ml wzorcowego roztworu roboczego (5.4.10.2g), dodać po: 50 ml wody, 1 ml kwasu solnego i 10 ml roztworu chlorku lantanowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenie potasu i wapnia w poszczególnych roztworach wynosi: 0; $5 \cdot 10^{-7}$; $1 \cdot 10^{-6}$; $2 \cdot 10^{-6}$; $4 \cdot 10^{-6}$ g/ml, natomiast sodu i magnezu: $0,5 \cdot 10^{-8}$; $1 \cdot 10^{-7}$; $2 \cdot 10^{-7}$; $4 \cdot 10^{-7}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję sodu, potasu, wapnia i magnezu w przygotowanej skali wzorców w warunkach podanych w 5.4.10.4, a z uzyskanych wyników sporządzić krzywą wzorcową wg 5.4.9.5.

5.4.10.7. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję sodu, potasu, wapnia i magnezu w roztworze A przygotowanym wg 5.4.10.5 w warunkach podanych w p. 5.4.10.4, a z krzywych wzorcowych odczytać stężenie sodu, potasu, wapnia i magnezu.

W razie potrzeby do oznaczania sodu i magnezu roztwór A (5.4.10.5) należy rozcieńczyć 1 + 9.

5.4.10.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość sodu (X_5), potasu (X_6), wapnia (X_7) i magnezu (X_8) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_{5,6,7,8} = \frac{a_{4,5,6,7} \cdot V_4 \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

w którym:

- $a_{4,5,6,7}$ - stężenie odpowiednio sodu, potasu, wapnia i magnezu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,
- V_4 - objętość roztworu przygotowanego wg p. 5.4.10.5. ml,
- m_3 - masa odważki próbki chlorku miedziowego uwodnionego, g.

Sumę (X_9) zawartości sodu, potasu, wapnia i magnezu obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_9 = X_5 + X_6 + X_7 + X_8 \quad (4)$$

5.4.10.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

5.5. Ocena wyników badań. Partię chlorku miedziowego uwodnionego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki chlorku miedziowego uwodnionego pobranej wg 5.3, odpowiadają wymaganiom podanym w p. 3.

5.6. Interpretacja wyników. Przy obliczaniu wyników należy stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 p. 2.3.2. (metoda 2).

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Na życzenie odbiorcy do każdej partii chlorku miedziowego uwodnionego producent zobowiązany jest wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie, w którym m.in. należy podać wyniki przeprowadzonych badań.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Lubelskie Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe "Odczynniki Chemiczne", Lublin.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-73/6191-118

- a) wprowadzono oznaczanie odczynu pH 5% (m/m) roztworu i azotu ogólnego dla gatunku cz.d.a.,
- b) zmodyfikowano metodę oznaczania arsenu,
- c) zmieniono metodę oznaczania żelaza,
- d) wprowadzono oznaczanie niklu i ołowiu metodą absorpcji atomowej,
- e) wprowadzono oznaczanie sodu, potasu, wapnia i magnezu metodą absorpcji atomowej zamiast oznaczania substancji nie strącających się siarkowodorem.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań
- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu
- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- PN-82/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-81/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną
- PN-81/C-04530/02 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco redukujących (redoks)
- PN-89/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych
- PN-89/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych
- PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport

- PN-88/C-80047 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Ogólne wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-76/O-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beczki
- BN-84/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte płaskie, bez fałd bocznych zgrzewane
- BN-71/6419-03 Opakowania z tworzyw sztucznych. Podkładki
- BN-73/6419-04 Taśmy samoprzylepne z folii wiskozowej i nieplastyfikowanego polichlorku winylu. Szeregi wymiarowe
- BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCH do odczynników chemicznych
- BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych
- Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)
- Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej Komunikacji Kolejowej. Załącznik nr 4 do umowy o międzynarodowej Kolejowej Komunikacji Towarowej (SMGS) (Dz. Z. i Z.K. nr 7, poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami
- Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 28 grudnia 1963 r. w sprawie wykazu trucizn i środków szkodliwych (Dz. U. nr 2, poz. 9 z 1964 r.) wraz z późniejszymi zmianami
- Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTiF) (Dz. T. i Z.K. nr 7 poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszymi zmianami
- Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczeniu przesyłek towarowych (Dz.T. i Z.K. nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych, Załącznik II do umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz.T. i Z.K. nr 15, poz. 119 z 1981r.) wraz z późniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz. U. nr 67, poz. 301 z 1983 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministra Komunikacji z dnia 6 października 1987 r. w sprawie wykazu rzeczy

niebezpiecznych wyłączonych z przewozu koleją oraz szczególnych warunków przewozu rzeczy niebezpiecznych dopuszczonych do przewozu (Dz. U. nr 32, poz. 169 z 1987 r.)

4. Symbol wg SWW:

dla gatunku cz.d.a. - 1331-11,

dla gatunku cz. - 1331-42.

5. Informacja dotycząca legalnych roztworów wzorcowych do absorpcji atomowej. Legalne roztwory wzorcowe do absorpcji atomowej o stężeniach 1 mg Meⁿ⁺/ml produkowane są przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Wzorców Materiałów "Wzormat". 00-139 Warszawa, ul. Elektoralna 2.

6. Autor projektu normy - mgr Krystyna Piotrowska-Zub - Lubelskie Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe "Odczynniki Chemiczne", Lublin.